

LAPORAN AKHIR
Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi



**Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui
Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan
Kosmetik**

Tahun ke 2 (dua) dari rencana 3 (tiga) tahun

Dr. Edi Priyo Utomo, Drs., MS. (0027125706)
Dr. Nurdiana, dr., MS (0015105503)
Dr. Warsito, MS (0012075909)
Wa Ode Cakra Nirwana, ST., MT. (0725028202)

Dibiayai oleh :
Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi,
Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan, Melalui DIPA Universitas Brawijaya
Nomor : DIPA-023.04.2.414989/2014, Tanggal 5 Desember 2013, dan berdasarkan
SK Rektor Universitas Brawijaya Nomor : 157/SK/2014 tanggal 10 April 2014

UNIVERSITAS BRAWIJAYA
November, 2014

Abstrak

Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan Kosmetik

(Derivatiasasi Komponen-Komponen Minyak Nilam)

Oleh :

Edi Priyo Utomo¹, Nurdiana², Warsito¹, dan Wa Ode Cakra Nirwana³

- 1. Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**
- 2. Fakultas Kedokteran Universitas Brawijaya**
- 3. Fakultas Teknik Universitas Brawijaya**

Telah dilakukan derivatisasi komponen-komponen minyak nilam menjadi senyawa-eenyawa ester, eter, epoksida, amida dan amina. Komponen-komponen yang diderivatisasi adalah patchouli alcohol, guaiena dan patchoulena menjadi patchouli asetat, patchouli alkil ester, patchouli alkil eter, patchouli amida, patchouli amina, guaiena alkil eter dan guaiena epoksida. Proses derivatisasi dilakukan melalui proses sintesis menggunakan katalis asam sulfat, resin penukar kation serta berbagai tipe pelarut disertai refluk dan atau pengadukan selama lebih dari 3 jam.

Hasil derivatisasi menunjukkan bahwa rendemen hasil pembuatan patchouli alkil ester dipengaruhi oleh jenis pelarut dan katalis yang digunakan. Katalis resin penukar kation dalam pelarut etanol dan THF meningkatkan rendemen ester patchouli dari pada katalis asam sulfat dalam pelarut n-heksana. Sintesis turunan patchouli eter lebih baik melalui mekanisme susbtitusi nukelofilik, sedangkan sintesis epoksida lebih baik menggunakan asam perbenzoat. Sintesis derivate amina lebih berhasil dengan baik pada sintesis patchouli asetamida dan patchouli amina

Kata kunci : derivative patchouli alkil eter, patchouli eter, guaiene epokida, patchouli amida dan patchouli amina

Efforts to Increase Economic Value of East Java Patchouli Oil through Derivatization of Main Components For Drug and Cosmetic Raw Materials

(Derivatisation of Components Patchouli Oil)

Abstract

Derivatization components of patchouli oil into compounds esters, ethers, epoxides, amides and amines has been conducted. Derivatized components are patchouli alcohol, guaiena and patchouli to be patchouli acetate, patchouli alkyl esters, alkyl ether patchouli, patchouli amides, amines patchouli, guaiena alkyl ethers and epoxides guaiena. Derivatization process conducted through a process of synthesis using catalyst such as sulfuric acid catalyst and cation exchange resin and various types of solvents or with reflux and stirring for more than 3 hours. Derivatization results showed that the yield of alkyl esters influenced by the type of solvent and catalyst used. Cation exchange resin catalyst in the solvent of ethanol and THF increase the yield of patchouli esters catalyzed with sulfuric acid in the solvent of n-hexane. Synthesis of patchouli ether derivatives better through nucleophilic substitution mechanism, whereas the synthesis of epoxides better use perbenzoat acid. More successful synthesis of amine derivatives with either the synthesis of acetamide and patchouli patchouli amine

Keywords : alkyl ether derivative patchouli, patchouli ether, guaiene epokida, patchouli patchouli amides and amines

Ringkasan

Minyak nilam mengandung komponen-komponen utama patchouli alcohol, guaiena, dan patchoulena dan merupakan komponen yang mempengaruhi kualitas minyak nilam secara keseluruhan. Standard Nasional Indonesia (SNI) memberi syarat minimal minyak nilam mengandung 30% patchouli alcohol. Jika kandungan patchouli alcohol rendah maka nilai jual minyak nilam menjadi turun. Hal ini tentu saja merugikan petani nilam dan penyuling tradisional dan akan menurunkan devisa Negara dari sector ekspor minyak nilam ini. Untuk mengatasi hal ini, diperlukan pengolahan minyak nilam lebih lanjut dengan cara membuat berbagai derivat komponen minyak nilam menjadi senyawa-senyawa baru yang mempunyai nilai ekonomi tinggi. Dalam penelitian ini dilakukan proses derivatisasi patchouli alcohol menjadi patchouli metil eter, patchouli etil eter, patchouli propil eter, ester patchouli asetat dan ester patchouli benzoate. Disamping itu patchouli alcohol diubah menjadi patchouli asetamida, patchouli benzamida dan patchouli amina. Derivat epoksida dan eter juga dibuat dengan bahan dasar guaiene dan patchoulen.

Proses reaksi yang dilakukan adalah dengan melalui refluks dan atau pengadukan serta menggunakan katalis asam sulfat dan resin tukar kation untuk esterifikasi patchouli alcohol. Adapun esterifikasi terhadap patchouli alcohol menggunakan kaidah reaksi substitusi nukleofilik terhadap metil iodide sedang akan dan guaiene diubah menjadi senyawa eter dengan cara adisi asam dan diikuti dengan adisi nukleofilik berbagai tipe alcohol. Pembuatan senyawa epoksida dilakukan dengan menggunakan bahan dasar guaiena direaksikan dengan hydrogen peroksida/MnSO₄ atau dengan asam kloro perbenzoat. Patchouli amida dibuat melalui reaksi Ritter, sedangkan patchouli amina dibuat dari hidrolisis patchouli asetamida.

Hasil derivatisasi menunjukkan bahwa rendemen hasil pembuatan patchouli alkil ester dipengaruhi oleh jenis pelarut dan katalis yang digunakan. Katalis resin penukar kation dalam pelarut etanol dan THF meningkatkan rendemen ester patchouli dari pada katalis asam sulfat dalam pelarut n-heksana. Sintesis turunan patchouli eter lebih baik melalui mekanisme substitusi nukleofilik, sedangkan sintesis epoksida lebih baik menggunakan asam perbenzoat. Sintesis derivat amina lebih berhasil dengan baik pada sintesis patchouli asetamida dan patchouli amina.

Summary

Patchouli oil contains the main components of patchouli alcohol, guaiene, and patchoulene and all of the components affect to the overall quality of patchouli oil. Indonesian National Standard (SNI) gives the minimum requirement of patchouli oil contains 30% of patchouli alcohol. If the content of patchouli alcohol is lower under the requirement, the sale value of patchouli oil to be down. This is of course detrimental to patchouli farmers and traditional refiners and then it will lower the country's foreign exchange of patchouli oil exports. To overcome this, a smart strategic is needed to further processing patchouli oil by making various derivative component of patchouli oil to be new compounds that have high economic value. In this research, patchouli alcohol derivatization process to be patchouli methyl ether, patchouli ethyl ether, patchouli propyl ether, ester patchouli acetate and ester patchouli benzoate. Besides this, patchouli alcohol is converted to patchouli acetamide, patchouli benzamide and patchouli amines. Epoxide and ether derivatives are also made with common organic synthesis mechanism using patchoulene and guaiene as starting material

The process of derivatization is carried out by refluxing and stirring and using sulfuric acid and cation exchange resin as catalyst for esterification of patchouli alcohol. The etherification of the patchouli alcohol use rules nucleophilic substitution reaction of the methyl iodide and guaiene converted to be the analog ether compound while the ether by means of acid addition and followed by nucleophilic addition of various types of alcohol. Synthesis of epoxide compounds conducted by using the starting material of guaiene is reacted with hydrogen peroxide / $MnSO_4$ or chloro perbenzoic acid. Patchouli amides prepared by Ritter reaction, while patchouli patchouli amine prepared from the hydrolysis of patchouli acetamide.

Derivatization results showed that the yield of alkyl esters of making the results patchouli influenced by the type of solvent and catalyst used. Cation exchange resin catalyst in ethanol and THF increase the yield of patchouli esters of sulfuric acid catalyst in the solvent n-hexane. Synthesis of patchouli ether derivative better through nucleophilic substitution mechanism, whereas the synthesis of epoxides better use perbenzoic acid. More successful synthesis of amine derivatives with either the synthesis of acetamide and patchouli patchouli amines.

Prakata

Alhamdulillah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi dengan judul Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan Kosmetik, dengan sub kegiatan Derivatisasi komponen-komponen utama minyak nilam menjadi berbagai senyawa derivatnya, telah dilaksanakan hingga tuntas dari semua pekerjaan yang harus diselesaikan. Untuk itu ucapan terimakasih kami sampaikan kepada :

1. Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Brawijaya yang telah mendukung pelaksanaan penelitian ini serta diberikan waktu untuk menuntaskan eksplorasi data penelitian hingga selesai.
2. Rektor Universitas Brawijaya yang telah memberikan kesempatan kepada kami untuk mengembangkan dan melaksanakan topic riset unggulan perguruan tinggi Universitas Brawijaya
3. Dekan Fakultas MIPA Universitas Brawijaya yang telah memberikan fasilitas laboratorium untuk melaksanakan penelitian ini.
4. DirJen DIKTI Kementerian dan Kebudayaan Republik Indonesia telah mendanai penelitian ini melalui Program Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi

Semoga penelitian ini dapat terselesaikan dengan baik dan menghasilkan luaran berupa artikel jurnal, buku ajar dan membantu mahasiswa S1 dan S2 dalam mempercepat penyelesaian tugas akhir mereka.

Malang, 27 Oktober 2014

Penulis

DAFTAR ISI

	halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
RINGKASAN	v
SUMMARY	vi
PRAKATA	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	4
BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	11
BAB 4. METODE PENELITIAN	12
BAB 5. HASIL DAN PEMBAHASAN	24
BAB 6. RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA (untuk laporan tahunan)	40
BAB 7. KESIMPULAN DAN SARAN	41
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	44

DAFTAR TABEL

	halaman
Tabel 5.1. Daftar hasil derivatisasi patchouli alcohol menjadi senyawa ester	28
Table 5.2 Daftar hasil derivatisasi patchouli alcohol menjadi senyawa eter	31
Table 5.3 Daftar hasil derivatisasi patchoulena menjadi senyawa ester	33
Tabel 5.4 Daftar hasil derivatisasi guaiena menjadi senyawa eter	34
Tabel 5.5 Daftar hasil derivatisasi patchoulen & guaiena menjadi senyawa epeoksida	37
Tabel 5.6. Daftar hasil derivatisasi patchouli alcohol menjadi senyawa amida	36
Tabel 5.7. Profil distribusi komponen dalam fraksi hasil distilasi minyak bertekanan 0 – 1 mbar dan refluks rasio 10/10	35

DAFTAR GAMBAR

		halaman
Gambar 5.1.	Hasil analisis GC-MS dengan menggunakan kolom kapiler RTx-5MS terhadap komponen-komponen minyak nilam sebelum dipisahkan dengan distilasi fraksinasi pengurangan tekanan	24
Gambar 5.2.	Hasil analisis GC-MS dengan kolom HP-5-MS terhadap komponen patchouli alcohol hasil pemisahan dengan distilasi fraksinasi pengurangan tekanan.	25
Gambar 5.3	Hasil analisis GC-MS komponen delta-guaiena pada kolom HP5-MS	25
Gambar 5.4.	Hasil analisis GC-MS fraksi yang mengandung Patchoulene pada kolom RTx-5MS	26
Gambar 5.5.	Reaksi pembentukan ion patchoulida	27
Gambar 5.6 .	Spektra massa patchouli asetat dan fragmentasi molekulnya	29
Gambar 5.7 .	Spektra FT-IR Patchouli asetat	29
Gambar 5.8.	Spektra ¹ H NMR dari patchouli asetat hasil simulasi	29
Gambar 5.9.	Mekanisme reaksi substitusi patchoulida pada metil iodida	30
Gambar 5.10.	Spektra massa dan pola fragmentasi patchouli metil eter	32
Gambar 5.11..	Reaksi eterifikasi isobutilena	32
Gambar 5.12.	Reaksi pembentukan patchouli etil eter dari β-patchoulena	33
Gambar 5.13.	Fragmentasi ion molecular guaiene metil eter	34
Gambar 5.14.	Spektra FT-IR guaiena metil eter dengan katalis asam sulfat dan FeCl ₃	35
Gambar 5.15.	Simulasi tipe pergeseran kimia spectrum ¹ H NMR dan produk metil eter dengan dua posisi metoksil terikat pada atom karbon berbeda	36
Gambar 5.16.	Spektra massa guaiena epoksida	37
Gambar 5.17.	Reaksi hidroksilasi guaiena epoksida menjadi guaiene dihidroksida dan spektra massanya	38
Gambar 5.18.	Spektra massa FT-IR patchouli asetamida dan patchouli amina	37

DAFTAR LAMPIRAN

		halaman
Lampiran 1	Personalia Tenaga Peneliti dan Kualifikasinya	44
Lampiran 2	Daftar Publikasi	45